# Document made available under the Patent Cooperation Treaty (PCT)

International application number: PCT/EP05/050344

International filing date: 27 January 2005 (27.01.2005)

Document type: Certified copy of priority document

Document details: Country/Office: DE

Number: 10 2004 011 320.3

Filing date: 09 March 2004 (09.03.2004)

Date of receipt at the International Bureau: 24 February 2005 (24.02.2005)

Remark: Priority document submitted or transmitted to the International Bureau in

compliance with Rule 17.1(a) or (b)



PCT/EP200 5 / 0 5 0 3 4 4

# **BUNDESREPUBLIK DEUTSCHLAND**

EP05/50344



# Prioritätsbescheinigung über die Einreichung einer Patentanmeldung

Aktenzeichen:

10 2004 011 320.3

Anmeldetag:

09. März 2004

Anmelder/Inhaber:

Degussa AG,

40474 Düsseldorf/DE

Bezeichnung:

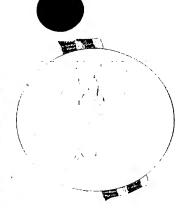
Verfahren zur Herstellung von Aminen aus Carbodiimidgruppen aufweisenden Ver-

bindungen durch Hydrolyse mit Wasser

IPC:

C 07 C, C 07 B

Die angehefteten Stücke sind eine richtige und genaue Wiedergabe der ursprünglichen Unterlagen dieser Patentanmeldung.



München, den 16. September 2004

Deutsches Patent- und Markenamt

Der Präsident

Im Auftrag

•

Ebert

15

20

25

30

## <u>Verfahren zur Herstellung von Aminen aus Carbodiimidgruppen aufweisenden</u> <u>Verbindungen durch Hydrolyse mit Wasser</u>

Die Erfindung betrifft ein ein- oder mehrstufiges Verfahren zur Herstellung von Mono-, Diund/oder Polyaminen aus Carbodiimidgruppen und gegebenenfalls auch andere Gruppen der Isocyanatchemie aufweisenden Verbindungen durch Hydrolyse mit Wasser.

Mono-, Di- und/oder Polyamine eignen sich z. B. als Ausgangsstoffe zur Herstellung von Polyisocyanat-Polyadditionsverbindungen, als Ausgangsstoffe in Polykondensationsverfahren oder zur Herstellung von Di- oder Polyisocyanat-Verbindungen. Aliphatische Amine lassen sich durch Umsetzung von Alkylhalogeniden oder Alkoholen mit NH<sub>3</sub> (Ammonolyse), durch so genannte reduktive Aminierung von Ketonen oder Aldehyden, durch Aminoalkylierung (insbesondere Mannich-Reaktion), Reduktion von Amiden mit Lithiumaluminiumhydrid, katalytische Hydrierung von Nitrilen, Reduktion von Oximen mit Diboran oder von Aziden mit LiAlH4 sowie durch Hofmannschen Abbau, Curtius-Umlagerung, Ritter-Reaktion, Schmidt-Reaktion oder Gabriel-Synthese gewinnen. Die aromatischen Amine sind durch Reduktion der leicht herstellbaren Nitro-Verbindungen gut zugänglich (Ullmann's Encyclopedia of Industrial Chemistry, Wiley-VCH Verlag, 7<sup>th</sup> Edition Release 2003). Daneben lassen sich Mono-, Di- und/oder Polyamine auch durch saure oder alkalische, hydrolytische Spaltung von Urethanen, Isocyanaten und Harnstoffen synthetisieren [Houben-Weyl: Methoden der org. Chemie, 4. Auflage, Georg Thieme Verlag Stuttgart/New York (1957), 11/I, 948 ff.].

(Poly-)Carbodiimide sind bekannt und können z. B. gezielt aus substituierten Harnstoffen, Thioharnstoffen, Carbamidsäureestern, Cyanamiden, Isocyanaten, Isothiocyanaten oder anderen Carbodiimiden hergestellt werden [Houben-Weyl: Methoden der org. Chemie, 4. Auflage, Georg Thieme Verlag Stuttgart/New York (1987), E20/II, 1752; Houben-Weyl: Methoden der org. Chemie, 4. Auflage, Georg Thieme Verlag Stuttgart/New York (1983), E4, 888]. Aufgrund ihrer Reaktivität werden (Poly-)Carbodiimide z. B. als Stabilisatoren und Promotoren in der Polymerchemie oder zur Aktivierung von Carbonsäuren in der Peptidsynthese eingesetzt. Die Reaktionen von (Poly-)Carbodiimiden mit Nukleophilen, wie

20

25

30

z. B. Wasser, Alkoholen und Carbonsäuren, sind literaturbekannt und liefern die entsprechenden (Poly-)Harnstoffe, (Poly-)Isoharnstoffe und (Poly-)Acylharnstoffe [Wagner et al., Angew. Chem. (1981), 93, 855-866; Houben-Weyl: Methoden der org. Chemie, 4. Auflage, Georg Thieme Verlag Stuttgart/New York (1987), E20/II, 1756]. Gerade die Addition von Wasser an (Poly-)Carbodiimide wurde eingehend untersucht und liefert in jedem Fall den entsprechenden Harnstoff [US 2 938 892; DE 29 41 253; Lewis et al., Chem. Eur. (2002), 8, 1934; Tordini et al., J. Phys. Chem. A (2003), 107, 1188; Kurzer et al., Chem. Rev. (1967), 67, 107].

Bis zum jetzigen Zeitpunkt war kein Verfahren zur direkten Umsetzung von Carbodiimidgruppen aufweisenden Verbindungen in die entsprechenden Amine bekannt. Aufgabe war es daher, ein solches Verfahren zu finden.

Überaschenderweise wurde nun gefunden, dass Amine direkt, ohne Isolierung der als Zwischenprodukt auftretenden Harnstoffe, aus den entsprechenden (Poly-)Carbodiimid aufweisenden Verbindungen hergestellt werden können.

Gegenstand der Erfindung ist somit ein ein- oder mehrstufiges kontinuierliches oder diskontinuierliches Verfahren zur Herstellung von Mono-, Di- und/oder Polyaminen aus Carbodiimidgruppen aufweisenden Verbindungen durch Hydrolyse mit Wasser.

Das Verfahren zur Herstellung von Mono-, Di- und/oder Polyaminen aus Carbodiimidgruppen und gegebenenfalls auch andere Gruppen der Isocyanatchemie aufweisende Verbindungen durch Hydrolyse erfolgt dadurch, dass (Poly-)Carbodiimide mit Wasser, gegebenenfalls unter Mitverwendung eines sauren oder basischen Katalysators und/oder gegebenenfalls eines Lösemittels, umgesetzt werden.

Als Carbodiimidgruppen aufweisende Verbindungen werden bevorzugt mit Gruppen der Isocyanatchemie modifizierte (Poly-)Carbodiimide eingesetzt, wie z.B. mit Urethan-, Isocyanat-, Amin-, Amid-, (Iso-)Harnstoff-, Biuret-, Isocyanurat-, Uretdion-, Guanidin-, Formamidin-, Oxamidin-, Imidazolin-, Uretonimin- und/oder Allophanat-Gruppen

modifizierte aromatische, cycloaliphatische, (cyclo)aliphatische oder aliphatische (Poly-)Carbodiimide.

Bevorzugt werden die (Poly-)Carbodiimide eingesetzt, die aus (Poly-)Isocyanaten, (Poly-)Isocyanat-Derivaten oder (Poly-)Isocyanat-Homologen mit aliphatischen aromatischen Isocyanat-Gruppen hergestellt werden. Besonders bevorzugt werden die (Poly-)Carbodiimide eingesetzt, die aus den Polyisocyanaten, ausgewählt aus 1,4-Diisocyanatobutan, 1,6-Diisocyanatohexan (HDI), 1,12-Diisocyanatododecan, 1,4-Diisocyanatocyclohexan, 1-Isocyanato-5-isocyanatomethyl-3,3,5-trimethyl-cyclohexan (IPDI), Bis-(4-isocyanatocyclohexyl)-methan (H12MDI), 1,3-Bis-(1-isocyanato-1-methyl)-benzol (XDI), 1,3-Bis-(1-isocyanato-1-methyl-ethyl)-benzol (m-TMXDI), 2,4-Diisocyanatotoluol (TDI), Bis-(4-isocyanatophenyl)-methan (MDI), 1,6-Diisocyanato-2,2,4(2,4,4)-trimethylhexan (TMDI) und ggf. Isomeren, höheren Homologen bzw. technischen Gemischen der einzelnen Polyisocyanate, hergestellt werden.

15

5

Bevorzugt werden aus den oben genannten Carbodiimidgruppen aufweisenden Verbindungen Polyamine, ausgewählt aus 1,4-Diaminobutan, 1,6-Diaminohexan, 1,12-Diaminododecan, 1,4-Diaminoocyclohexan, 1-Amino-5-aminomethyl-3,3,5-trimethyl-cyclohexan (IPDA), Bis-(4-aminocyclohexyl)-methan (H12MDA), 1,3-Bis-(1-amino-1-methyl)-benzol (XDA), 1,3-Bis-(1-amino-1-methyl-ethyl)-benzol (m-TMXDA), 2,4-Diaminotoluol (TDA), Bis-(4-aminophenyl)-methan (MDA), 1,6-Diamino-2,2,4(2,4,4)-trimethylhexan (TMDA) und ggf. Isomere, höhere Homologe bzw. technischen Gemische der einzelnen Polyamine, hergestellt.

25

30

20

Das Verfahren wird bevorzugt so durchgeführt, dass die Carbodiimidgruppen aufweisenden Verbindungen mit einer Menge an Wasser, die mindestens für die Hydrolyse der Carbodiimidbindungen und der gegebenenfalls mit umzusetzenden Gruppen der Isocyanatchemie ausreichend ist, bei einer Temperatur von 0 bis 400 °C und einem Druck von 0 bis 500 bar umgesetzt werden. Die gebildeten Mono-, Di- und/oder Polyamine werden durch geeignete Trennverfahren, wie Destillation, Kristallisation, Extraktion, Sorption, Permeation, Phasentrennung oder Kombinationen aus den genannten, isoliert. Die Umsetzung

kann mit einem sauren oder basischen, heterogenen oder homogenen Katalysator sowie gegebenenfalls mit einem Lösemittel oder Lösemittelgemisch oder beidem erfolgen.

Die für die stöchiometrische Umsetzung benötigte Wassermenge beträgt mindestens 2 Mol Wasser pro Mol Carbodiimidgruppe und eine entsprechende Menge für die Umsetzung der gegebenenfalls zusätzlich vorhandenen Gruppen der Isocyanatchemie. Grundsätzlich ist die verwendete Wassermenge nicht limitiert. Bevorzugt wird jedoch die 2- bis 100-fache, besonders bevorzugt die 5- bis 80-fache, ganz besonders bevorzugt die 10-fache stöchiometrische Wassermenge eingesetzt.

Das erfindungsgemäße Verfahren kann ohne oder mit Lösemittel oder Lösemittelgemischen durchgeführt werden. Als Lösemittel können alle gängigen Lösemittel eingesetzt werden, bevorzugt werden Alkohole eingesetzt, besonders bevorzugt solche Alkohole, die bei der Hydrolyse von gegebenenfalls mit enthaltenen Urethangruppen gebildet werden. Das Lösemittel kann in jedem Mengenverhältnis eingesetzt werden, bevorzugt jedoch in einer ausreichenden Menge, damit das Reaktionsgemisch gegebenen unter den Reaktionsbedingungen einphasig vorliegt. Es ist allerdings auch möglich, die Umsetzung in einem zwei- oder mehrphasigen Gemisch durchzuführen und somit die anschließende Aufreinigung zu vereinfachen.

20

25

30

15

Das erfindungsgemäße Verfahren kann bei Temperaturen von 0 bis 400 °C, bevorzugt bei 150 bis 300 °C, durchgeführt werden.

Das erfindungsgemäße Verfahren kann bei einem Druck von 0 bis 500 bar, bevorzugt bei 20 bis 150 bar, durchgeführt werden. Besonders bevorzugt wird bei dem sich einstellenden Dampfdruck der Reaktionsmischung bei Reaktionstemperatur gearbeitet, welcher stark von der Zusammensetzung abhängt.

Das Einsetzen der Reaktion ist durch die Abspaltung von Kohlendioxid zu erkennen. Es ist günstig, das bei der Reaktion entstehende Kohlendioxid aus dem Reaktionsgemisch zu entfernen, damit dieses nicht für Nebenreaktionen (z. B. Carbaminsäure- bzw. Salzbildung)

zur Verfügung steht. Diese Kohlendioxid-Ausschleusung aus dem Reaktionsgemisch kann kontinuierlich oder diskontinuierlich und gegebenenfalls unter Verwendung eines Strip-Gases wie z. B. Stickstoff erfolgen.

- Das erfindungsgemäße Verfahren kann kontinuierlich oder diskontinuierlich in allen gängigen Reaktorsystemen, wie z. B. in Rührkesselreaktoren, Strömungsrohrreaktoren, Wirbelschichtreaktoren, Festbettreaktoren, Blasensäulen, Reaktivdestillationsreaktoren, Mikroreaktoren oder Kombinationen oder Kaskaden der genannten Reaktoren, erfolgen. Das Verfahren kann ein- oder mehrstufig durchgeführt werden. In einem mehrstufigen Verfahren werden Druck und Temperatur bzw. die Wasser- und/oder Katalysatormenge in den einzelnen Verfahrensschritten derart gewählt, dass das Verfahren in der ersten Stufe vom Carbodiimid bis zum Harnstoff und in der zweiten Stufe bis zum Amin durchgeführt wird. Dabei ist eine Isolierung und/oder Aufreinigung der Intermediate nicht notwendig.
- Die folgenden Beispiele dienen der Erläuterung des erfindungsgemäßen Verfahrens, ohne das dieses darauf beschränkt ist.

#### Beispiel 1

#### Umsetzung von Dicyclohexylcarbodiimid zu Cyclohexylamin

500 g Dicyclohexylcarbodiimid werden in einem Autoklaven auf 190 °C aufgeheizt. 20 Anschließend werden unter Rühren aus einer auf 190 °C temperierten Vorlage 900 g Wasser zugegeben. Dabei stellt sich im Autoklaven der Dampfdruck der Reaktionsmischung ein. Während der Reaktion steigt der Druck aufgrund der Kohlendioxid-Entwicklung weiter an. Nach 4 Stunden Reaktionszeit wird der Versuch beendet und das Reaktionsgemisch gaschromatographisch untersucht. Insgesamt werden 178 g Cyclohexylamin gefunden, was 25 einer theoretischen Ausbeute von 37%, bezogen auf das eingesetzte Dicyclohexylcarbodiimid, entspricht.

#### **Beispiel 2**

30 Umsetzung von Dicyclohexylcarbodiimid zu Cyclohexylamin

500 g Dicyclohexylcarbodiimid werden in einem Autoklaven auf 190 °C aufgeheizt. Anschließend werden unter Rühren aus einer auf 190 °C temperierten Vorlage 900 g einer wässrigen, 0,25-molaren Natriumhydroxidlösung zugegeben. Dabei stellt sich im Autoklaven der Dampfdruck der Reaktionsmischung ein. Während der Reaktion steigt der Druck aufgrund der Kohlendioxid-Entwicklung weiter an. Nach 4 Stunden Reaktionszeit wird der Versuch beendet und das Reaktionsgemisch gaschromatographisch untersucht. Insgesamt werden 298 g Cyclohexylamin gefunden, was einer theoretischen Ausbeute von 62 %, bezogen auf das eingesetzte Dicyclohexylcarbodiimid, entspricht.

#### Beispiel 3

5

15

#### Umsetzung von Dicyclohexylcarbodiimid zu Cyclohexylamin

Die Durchführung des Experiments erfolgt analog zum Beispiel 2, jedoch wird der Druck im Autoklaven mit Stickstoff auf 55 bar eingestellt und während der gesamten Reaktion ein Stickstoffstrom von 50 g/h durch die Reaktionsmischung geleitet, um das entstehende Kohlendioxid kontinuierlich zu entfernen.

Insgesamt werden 399 g Cyclohexylamin gefunden, was einer theoretischen Ausbeute von 83 %, bezogen auf das eingesetzte Dicyclohexylcarbodiimid, entspricht.

#### 20 Beispiel 4

#### Umsetzung von

$$C_4H_9-O-CH_2$$
 $N=C=N$ 
 $CH_2$ 
 $N+C-O-C_4H_9$ 

mit x = 4.7

#### zu Diaminodiphenylmethan

25

Das Edukt mit der Zusammensetzung

$$\begin{array}{c} C_4H_9-O-\overset{O}{C}-HN-\overset{O}{C}-CH_2-\overset{O}{C}-N=C=N-\overset{O}{\downarrow}_X \\ \end{array} \\ mit \ x=4,7 \\ \end{array}$$

wird nach US 2 941 983 aus Diisocyanatodiphenylmethan und n-Butanol hergestellt (x = 4,7; aus Carbodiimidgehalt und mittlerer Molmasse berechnet). 50 g dieses Polycarbodiimids werden mit 400 g n-Butanol in einem Autoklaven auf 230 °C aufgeheizt. Anschließend werden unter Rühren aus einer auf 230 °C temperierten Vorlage 100 g einer wässrigen, 0,25-molaren Natriumhydroxidlösung zugegeben und der Druck mit Stickstoff auf 55 bar eingestellt. Während der Reaktion wird ein Stickstoffstrom von 30 g/h durch die Reaktionsmischung geleitet, um das entstehende Kohlendioxid kontinuierlich zu entfernen. Nach 4 Stunden Reaktionszeit wird der Versuch beendet und das Reaktionsgemisch gaschromatographisch untersucht. Insgesamt werden 33 g Diaminodiphenylmethan gefunden, was einer theoretischen Ausbeute von 81 %, bezogen auf das eingesetzte Polycarbodiimid, entspricht.

#### Beispiel 5

#### 15 Umsetzung von

$$C_4H_9-O-CH_2 \longrightarrow CH_2 \longrightarrow CH_2$$

#### zu Diaminodicyclohexylmethan

#### Das Edukt mit der Zusammensetzung

$$C_4H_9-O-\overset{O}{C}-HN-\overset{O}{C}-CH_2-\overset{O}{C}-N=C=N-\overset{O}{\downarrow}_X-CH_2-\overset{O}{C}-NH-\overset{O}{C}-O-C_4H_9$$

mit x = 1.1

25

wird analog zu Beispiel 4 aus Diisocyanatodicyclohexylmethan und n-Butanol hergestellt (x = 1,1; aus Carbodiimidgehalt und mittlerer Molmasse berechnet). 50 g dieses Polycarbodiimids werden mit 400 g n-Butanol in einem Autoklaven auf 230 °C aufgeheizt. Anschließend werden unter Rühren aus einer auf 230 °C temperierten Vorlage 100 g einer wässrigen, 0,25-molaren Natriumhydroxidlösung zugegeben und der Druck mit Stickstoff auf 55 bar eingestellt. Während der Reaktion wird ein Stickstoffstrom von 30 g/h durch die Reaktionsmischung geleitet, um das entstehende Kohlendioxid kontinuierlich zu entfernen.

Nach 4 Stunden Reaktionszeit wird der Versuch beendet und das Reaktionsgemisch gaschromatographisch untersucht. Insgesamt werden 28 g Diaminodicyclohexylmethan gefunden, was einer theoretischen Ausbeute von 87 %, bezogen auf das eingesetzte Polycarbodiimid, entspricht.

5

#### Patentansprüche:

- 1. Ein- oder mehrstufiges, kontinuierliches oder diskontinuierliches Verfahren zur Herstellung von Mono-, Di- und/oder Polyaminen aus Carbodiimidgruppen aufweisenden Verbindungen durch Hydrolyse mit Wasser.
- 2. Verfahren nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, dass als Carbodiimidgruppen aufweisende Verbindungen (Poly-)Carbodiimide eingesetzt werden, die aus (Poly-)Isocyanaten, (Poly-)Isocyanat-Derivaten oder (Poly-)Isocyanat-Homologen mit aliphatischen oder aromatischen Isocyanat-Gruppen hergestellt werden.
- Verfahren nach mindestens einem der vorherigen Ansprüche, dadurch gekennzeichnet,
- dass als Carbodiimidgruppen aufweisenden Verbindungen (Poly-)Carbodiimide eingesetzt werden, die aus den Polyisocyanaten, ausgewählt aus 1,4-Diisocyanatobutan, 1,6-Diisocyanatohexan (HDI), 1,12-Diisocyanatododecan, 1,4-Diisocyanatocyclohexan, 1-Isocyanato-5-isocyanatomethyl-3,3,5-trimethyl-cyclohexan (IPDI), Bis-(4-isocyanatocyclohexyl)-methan (H12MDI), 1,3-Bis-(1-isocyanato-1-methyl)-benzol (XDI), 1,3-Bis-(1-isocyanato-1-methyl)-benzol (TDI), Bis-(4-isocyanatophenyl)-methan (MDI), 1,6-Diisocyanato-2,2,4(2,4,4)-trimethylhexan (TMDI) bzw. deren Isomeren, höheren Homologen und/oder technischen Gemischen der einzelnen Polyisocyanate, hergestellt werden.
- Verfahren nach mindestens einem der vorherigen Ansprüche, dadurch gekennzeichnet, dass mit Gruppen der Isocyanatchemie modifizierte (Poly-)Carbodiimide eingesetzt werden.
- Verfahren nach Anspruch 4,
   dadurch gekennzeichnet,

15

20

25

30

dass mit Gruppen der Isocyanatchemie modifizierte (Poly-)Carbodiimide eingesetzt werden, ausgewählt aus mit Urethan-, Isocyanat-, Amin-, Amid-, (Iso-)Harnstoff-, Biuret-, Isocyanurat-, Uretdion-, Guanidin-, Formamidin-, Oxamidin-, Imidazolin-, Uretonimin- und/oder Allophanat-Gruppen modifizierte aromatische, cycloaliphatische, (cyclo)aliphatische oder aliphatische (Poly-)Carbodiimide.

 Verfahren nach mindestens einem der vorherigen Ansprüche, dadurch gekennzeichnet,

dass mit einer Menge an Wasser, die mindestens für die Hydrolyse der Carbodiimidbindungen und der gegebenenfalls mit umzusetzenden Gruppen der Isocyanatchemie ausreichend ist, umgesetzt wird.

7. Verfahren nach mindestens einem der vorherigen Ansprüche, dadurch gekennzeichnet,

dass die eingesetzte Wassermenge mindestens 2 Mol Wasser pro Mol Carbodiimidgruppe und eine entsprechende Menge für die Umsetzung der gegebenenfalls zusätzlich vorhandenen Gruppen der Isocyanatchemie beträgt.

8. Verfahren nach Anspruch 7,

dadurch gekennzeichnet,

dass die eingesetzte Wassermenge die 5- bis 100fache stöchiometrische Menge, bevorzugt die 5- bis 80fache, besonders bevorzugt die 10fache stöchiometrische Menge, bezogen auf die zur Umsetzung der Carbodiimidgruppen und der gegebenenfalls zusätzlich vorhandenen Gruppen der Isocyanatchemie benötigten stöchiometrischen Wassermenge, beträgt.

9. Verfahren nach mindestens einem der vorherigen Ansprüche, dadurch gekennzeichnet,

dass mit einem sauren oder basischen, heterogenen oder homogenen Katalysator oder Mischungen aus sauren oder basischen, heterogenen oder homogenen Katalysatoren umgesetzt wird.

- 10. Verfahren nach mindestens einem der vorherigen Ansprüche, dadurch gekennzeichnet, dass bei einer Temperatur von 0 bis 400 °C umgesetzt wird.
- 11. Verfahren nach Anspruch 10, dadurch gekennzeichnet, dass das Verfahren bei Temperaturen von 150 bis 300 °C durchgeführt wird.
- 12. Verfahren nach mindestens einem der vorherigen Ansprüche, dadurch gekennzeichnet, dass bei einem Druck von 0 bis 500 bar umgesetzt wird.
- 13. Verfahren nach Anspruch 12,
   15 dadurch gekennzeichnet,
   dass das Verfahren bei einem Druck von 20 bis 150 bar durchgeführt wird.
  - Verfahren nach mindestens einem der vorherigen Ansprüche, dadurch gekennzeichnet,
- dass die gebildeten Mono-, Di- und/oder Polyamine durch Trennverfahren ausgewählt aus Destillation, Kristallisation, Extraktion, Sorption, Permeation, Phasentrennung oder Kombinationen dieser aufgearbeitet werden.
- 15. Verfahren nach mindestens einem der vorherigen Ansprüche,
   dadurch gekennzeichnet,
   dass mit oder ohne Lösemittel umgesetzt wird.
  - 16. Verfahren nach Anspruch 15, dadurch gekennzeichnet,

20

dass als Lösemittel oder Lösemittelgemisch Alkohole eingesetzt werden, bevorzugt solche Alkohole, die bei der Hydrolyse von gegebenenfalls mit enthaltenen Urethangruppen gebildet werden.

5 17. Verfahren nach mindestens einem der vorherigen Ansprüche, dadurch gekennzeichnet, dass bei dem sich einstellenden Dampfdruck der Reaktionsmischung

18. Verfahren nach mindestens einem der vorherigen Ansprüche, dadurch gekennzeichnet,

Reaktionstemperatur gearbeitet wird.

dass das bei dem Verfahren entstehende Kohlendioxid aus dem Reaktionsgemisch kontinuierlich oder diskontinuierlich, gegebenenfalls unter Verwendung eines Strip-Gases, bevorzugt Stickstoff, entfernt wird.

 Verfahren nach mindestens einem der vorherigen Ansprüche, dadurch gekennzeichnet,

dass das Verfahren kontinuierlich oder diskontinuierlich in Reaktorsystemen, ausgewählt aus Rührkesselreaktoren, Strömungsrohrreaktoren, Wirbelschicht-Reaktoren, Festbettreaktoren, Blasensäulen, Reaktivdestillationsreaktoren, Mikroreaktoren oder Kombinationen oder Kaskaden der genannten Reaktoren, durchgeführt wird.

- 20. Verfahren nach mindestens einem der vorherigen Ansprüche, dadurch gekennzeichnet,
- dass Polyamine, ausgewählt aus 1,4-Diaminobutan, 1,6-Diaminohexan, 1,12-Diaminododecan, 1,4-Diamionocyclohexan, 1-Amino-5-aminomethyl-3,3,5-trimethyl-cyclohexan (IPDA), Bis-(4-aminocyclohexyl)-methan (H12MDA), 1,3-Bis-(1-amino-1-methyl)-benzol (XDA), 1,3-Bis-(1-amino-1-methyl-ethyl)-benzol (m-TMXDA), 2,4-Diaminotoluol (TDA), Bis-(4-aminophenyl)-methan (MDA), 1,6-Diamino-2,2,4(2,4,4)-trimethylhexan (TMDA) und ggf. Isomere, höhere Homologe bzw. technischen Gemische der einzelnen Polyamine, hergestellt werden.

#### Zusammenfassung

## <u>Verfahren zur Herstellung von Aminen aus carbodiimidgruppenaufweisenden</u> <u>Verbindungen durch Hydrolyse mit Wasser</u>

Die Erfindung betrifft ein ein- oder mehrstufiges Verfahren zur Herstellung von Mono-, Diund/oder Polyaminen aus Carbodiimidgruppen und gegebenenfalls auch andere Gruppen der Isocyanatchemie aufweisende Verbindungen durch Hydrolyse mit Wasser.